DETAIL

JAPANESE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-063806

(43) Date of publication of application: 29.02.2000

(51)Int.CI.

CO9K 3/14 B24B 37/00

G11B 5/84

(21)Application number : 10-244369

(71)Applicant: OKAMOTO MACHINE TOOL

WORKS LTD

(22)Date of filing:

17.08.1998

(72)Inventor: YAMADA TSUTOMU

(54) ABRASIVE SLURRY AND PREPARATION THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an abrasive slurry that gives a magnetic head having a flat surface and free of microscratches.

SOLUTION: An aqueous abrasive slurry comprises (a) 0.1-10 wt.% abrasive grains having an average grain size of 0.05-1 μm, (b) 0.1-3 wt.% inorganic salt selected from a water-soluble inorganic aluminum salt and a nickel salt and (c) 0.1-3 wt.% water-soluble chelating agent. wherein the content of a chelated aluminum salt or a chelated nickel salt that is difficult to be soluble in water contained in the water-soluble abrasive slurry is not more than 0.1 wt.%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開發号

特開2000-63806 (P2000-63806A)

(43)公顷日 平成12年2月29日(2000.2.29)

C09K 3/14 550D 3C05(50E) 550E 5D11(50E) 550E 5D11(50E) 550E 5D11(50E) 550E 5D11(50E) 550E 5D11(50E) 611B 5/84 A 審查請求 京請求 商求項の数9 FD (全 7 (21)出顧告 特額平10-244369 (71)出顯人 391011102 株式会社岡本工作機械製作所 特奈川県福族市港北区箕輪町2丁目7 号 (72)発明者 山田 墊 特奈川県原木市上依知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	C09K 3/14 550D 3C058 C09K 3/14 550D 3C058 550E 5D112 550Z B24B 37/00 H G11B 5/84 A 審査部珠 京部珠 商求項の数9 PD (全7 回 (21)出顧母 物菓10-244369 (71)出顧人 391011102 株式会社岡本工作機融製作所 神奈川県模族市港北区箕輪町2丁目7釜3号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上依知3009番池 株式会社	(51) Int.CL'	織別配号	FI		テーマコード(参考)
550E 5D11: 550Z B24B 37/00 B24B 37/00 H G11B 5/84 A 審査請求 宗請求 商求項の数9 FD (全 7 (21)出顧告号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社岡本工作機械製作所 神奈川県横浜作港北区箕輪町2丁目7: 号 (72)発明者 山田 塾 神奈川県原木作上依知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	550E 5D112 550Z B24B 37/00 H G11B 5/84 A 審査部球 京部球 部界項の数9 FD (全7 頁 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出題人 391011102 株式会社岡本工作機融製作所 神奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3 号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原本市上依知3009番油 株式会社 岡本工作機融製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AAO7 CAO1 CB10 DAO2 DA17		_		SEAD	
B 2 4 B 37/00 B 2 4 B 37/00 H G 1 1 B 5/84 A 審査部状 京部求 商求項の数 9 F D (全 7 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社関本工作機融製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町 2 丁 目 7 号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機融製作所半導体事業部内	B 2 4 B 37/00 B 2 4 B 37/00 H G 1 1 B 5/84 A 審査部求 京部求 商求項の数 9 F D (全 7 頁 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社岡本工作機融製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7集3号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原本市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機融製作所半導体事業部内 F ターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17			00011 0/11		
B 2 4 B 37/00 H G 1 1 B 5/84 A 審査部球 京部球 部球項の数 9 F D (全 7 (21)出験番号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社岡本工作機配製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町 2 丁 目 7:5号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機配製作所半導体事業部内	B 2 4 B 37/00 H G 1 1 B 5/84 A 審査部状 京部求 部求項の数 9 FD (全 7 頁 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社岡本工作機融製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町 2 丁目 7 釜 3 号 (72)発明者 山田 塾 神奈川県原本市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機融製作所半導体事業部内 F ターム(参考) 3(358 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17					50112
G11B 5/84 A 審査部状 京部県 部東東の数 9 FD (全 7 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出願人 391011102 株式会社関本工作機融製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7:号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	G 1 1 B 5/84 A 審査部求 京部求 商求項の数 9 F D (全 7 頁 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出顧人 391011102 株式会社岡本工作機械製作所 神奈川県横浜市港北区英輪町2 T 目 7 禁 3 号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原本市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 F ターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17	B 2 / B 27/00	•	72 0 4 72 0 0 1 4 0 0	-	
審査部球 京部球 商泉項の数 9 FD (全 7 (21)出顧番号 特顧平10-244369 (71)出顧人 391011102 株式会社岡本工作機械製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7: 号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県厚木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	容査部状 京部水 商泉項の数 9 FD (全 7 頁 で21)出顧番号 特顧平10-244369 で391011102 株式会社岡本工作機械製作所 神奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3号 で22)出顧日 平成10年8月17日(1998.8.17) 中奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3号 で22)発明者 山田 勉神奈川県原木市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 下ターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17	· ·			н	
(21) 出顧者号 特顧平10-244369 (71) 出願人 391011102 株式会社岡本工作機械製作所 神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7 号 (72) 発明者 山田 塾 神奈川県原木市上依知8009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	(21) 出顧者号 特顧平10-244369 (71) 出題人 391011102	GIIB 5/84	L			
(22)出顧日 平成10年8月17日(1998.8.17) 株式会社岡本工作機械製作所 特奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7: 号 (72)発明者 山田 勉 特奈川県原木町上依知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	株式会社岡本工作機械製作所 株式会社岡本工作機械製作所 株式会社岡本工作機械製作所 株式会社岡本工作機械製作所 特奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県厚木市上佐知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 300元8 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17			審査請求 未請求	商求項の数9 F	D (全 7 页)
(22)出顧日 平成10年8月17日(1998.8.17) 神奈川県横浜市隆北区箕輪町2丁目7号 明 山田 勉 神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	(22)出版日 平成10年8月17日(1998.8.17) 神奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3号 (72)発明者 山田 勉神奈川県厚木竹上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17	(21)出顧番号	特顧平10-244369	(71)出顧人 391011	102	
(22)出版日 平成10年8月17日(1998.8.17) 神奈川県横浜市港北区箕輪町2丁目7号 (72)発明者 山田 勉神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	(22)出版日 平成10年8月17日(1998.8.17) 神奈川県横浜竹港北区箕輪町2丁目7番3号 (72)発明者 山田 勉神奈川県厚木竹上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17			株式会	社岡本工作協議領性	EFF
号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上佐知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	号 (72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17	(22)出職日	平成10年8月17日(1998.8.17)			
(72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上依知3009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	(72)発明者 山田 勉 神奈川県原木市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17			1	N SECTION ACCESSION	~1 D 1 D 1 D 0
神奈川県原木市上依知8009番池 株式 岡本工作機械製作所半導体事業部内	神奈川県原木市上依知3009番池 株式会社 岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 300元3 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17				ith	
岡本工作機械製作所半導体事業部內	岡本工作機械製作所半導体事業部内 Fターム(参考) 30058 AA07 CA01 CB10 DA02 DA17				_	MAN ALM ANDRE
	Fターム(参考) 3CDS8 AMO7 CAO1 CB10 DMO2 DA17					
トクーム(多写) 30058 AAU/ CAUL CRID DAO2 DA17						
	5D112 AA02 BA06 CAD2 GA30					
5D112 AAC2 BAOG CAD2 GA30				501	112 AAO2 BAO6 GAO2	GA30
				1		

(54)【発明の名称】 研磨剤スラリーおよびその調製方法

(57)【要約】

【課題】 表面が平坦で マイクロスクラッチのない遊 気ヘットを与える研磨剤スラリーの提供。

【解決手段】 (8) 平均粒径が0.05~1μmの能粒 0.1~10重登%、(b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 0.1~3重量% および(c) 水溶性キレート剤 0.1~3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に軽溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が0.1宣量%以下である研磨剤スラリー。

特闘2000-63806

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 平均粒径が(). ()5~1 μm の能 粒 0.1~10重量%、(b)水溶性無機アルミニウム 塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 ①、1~3重量% および(c)水溶性キレート剤 (). 1~3重量%を含 有する水性研磨剤スラリーであって、該水溶性研磨剤ス ラリー中の水に難溶性のキレートアルミニウム塩、また はキレートニッケル塩の含有量が()。 1 重量%以下であ ることを特徴とする研磨剤スラリー。

1

の硝酸塩、塩酸塩、硫酸塩、燐酸塩、チオ硫酸塩より選 ばれたものである、請求項目に記載の研磨剤スラリー。 【請求項3】 (り)無機塩が硝酸アルミニウムであ り、(c)キレート剤がエチレンジアミンテトラ酢酸2 Na塩またはエチレントリアミンペンタ酢酸Na塩であ る、請求項1 に記載の研修剤スラリー。

【語求項4】 (a) 砥粒が、酸化アルミニウム、酸化 セリウム、単結晶ダイヤモンド、多結晶ダイヤモンド、 酸化ケイ素、炭化珪素、酸化クロミウムおよびガラス粉 より選ばれた粒子であることを特徴とする、請求項1に 20 記載の研磨剤スラリー。

【請求項5】 水性研磨剤スラリーが、更に(d)研磨 油を()、1~1()重置%含有する、請求項1に記載の研 磨削スラリー。

【請求項6】 予め(b) 水溶性無機アルミニウム塩、 ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c) 水溶性キレー 上剤との水溶液を調製し、ついでこれを1日以上放置し て折出した水に難溶性の結晶を除去して得た水溶液と (a)平均粒径がり、05~1 μm の砥粒および必要量の 水性媒体を混合して請求項1に記載の水性研磨剤スラリ - を調製する方法。

【記求項7】 予め(b) 水溶性無機アルミニウム塩。 ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレー ト剤とを含有する水溶液を調製し、これを1日以上放置 し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、 またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、 この水溶液と (a)平均粒径が()、()5~1 μm の砥粒お よび必要量の水性媒体を混合し、ついでこのスラリーに 周波数が少なくとも15キロヘルツ以上異なる2種以上 の周波数が15~150キロヘルツ(KHz)の超音波 40 を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互に0.1~5 ミリ秒の間隔で延べ10~150分照射して振動を与え た後、該研磨剤スラリーの上澄み液を開き目が20μm の節 (フィルタ) にかけ、節を通過した研磨剤スラリー を集めることを特徴とする。請求項1に記載の研磨削ス ラリーを調製する方法。

【請求項8】 研磨油が、ポリオキシエチレンアルキル エーテル、ポリオキシエテレンアルキルフェニルエーテ ル、ブルオニック系非イオン性界面活性剤(エチレンオ キンドとプロビレンオキンドの付加反応物)、脂肪酸ポー50 二次凝集粒子を一次粒子の状態にほぐす(再分散)こと

リオキシエチレンエステル、ポリオキシエチレン・オキ シブロピレンアルキルエーテル、エチレングリコール、 テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、プ ロビレングリコール、ポリエチレングリコールより選ば れたものである。請求項5に記載の研磨剤スラリー。 【請求項9】 予め(1) 水溶性無機アルミニウム塩、 ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレー ト剤とを含有する水溶液を調製し、これを1日以上放置 し、ついで析出した難溶性のキレートアルミニウム塩、 【語求項2】 無機塩が、アルミニウムまたはニッケル 10 またはキレートニッケル塩を該水溶液から分離した後、 この水溶液と (a)平均粒径が(). ()5~1 μm の砥粒お よび必要量の水性媒体を混合し、ついでこのスラリーに 超音波として、周波数が15~25キロヘルツの超音波 と、30~60キロヘルツの超音波、および80~12 0キロヘルツの3種の超音波を用い、これら周波数の振 動を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互に0.1~ 5ミリ秒の間隔で延べ10~150分照射して振動を与 える与えることを特徴とする、請求項1に記載の研磨剤 スラリーの調製方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、アルミニウム磁気 ヘッド基板、アルミニウム磁気ディスク基板、シリコン ウエハ、炭化珪素基板等の研磨に適した研磨剤スラリー およびその調製方法に関する。

[0002]

【従来の技術】例えば、磁気ディスクは、使用に際して 高速で回転して磁気ヘッドを浮上させ、磁気ディスクへ の記録の書込み、読み出し等を、この磁気ヘッドを介し て行う。最近の高密度記録化の要求に対応して磁気ヘッ ドの浮上高さをより低く抑えることが行われているが、 これを実現させるにはヘッド、ディスク表面の平滑性が 優れることが要求され、表面粗さを次世代には10)オン グストローム以下とすることが要求されている。

【0003】従来、アルミニウム磁気ヘッド基板の研磨 には、平均粒径が0.5~3 mm、好ましくは0.5~ 1. 0 u mの酸化アルミナ粒子 (α- アルミナ、ゾルー ゲル法で製造された多結晶アルミナ等) の遊離砥粒を水 に分散した研磨剤スラリーを用い、磁気ヘッド基板表面 を研磨布で研磨する際、研磨剤スラリーを研磨布に含浸 させている。しかし、得られる磁気ヘッド基板の表面粗 さは15~150オングストロームであり、かつ、磁気 ヘッド基板の表面にスクラッチが発生する欠点があっ た.

【①①①4】とのスクラッチの発生原因は、遊館砥粒の 酸化アルミナ粒子の顕製時に発生する粒径が5μm以上 の二次経集粒子(2~10個の粒子が凝集)または巨大 粒子の存在が原因と言われ、スラリー調製時に分散性を 良好にし、水性媒体中に分散剤の界面活性剤を配合し、

http://www6.ipdl.jpo.go.jp/tjcontentdben.ipdl?N0000=21&N0400=image/gif&N0401=/NS

(3)

特闘2000-63806

が提案されている。例えば、特闘平10-36818号 公報は、下記(A)成分から(D)成分を含み、成分 (B) 研磨剤の平均粒径が2. 0 μm以下であり、か つ。一次粒子状態に分散処理されてなるハードディスク 基板の研磨剤スラリーを提案する。

3

[0005](A)水

(B) 研磨剤

- (C) 研磨速度を向上させるアルミニウム塩額およびニ ッケル塩類から遺ばれた無機塩類、
- %.

この研磨剤スラリーは、二次経集粒子を界面活性剤(研 磨油)を用いて一次粒子に再分散させて調製した当日の 使用は、磁気ディスク基板にスクラッチの発生もなく、 研磨速度も速いが、研磨剤スラリー調製後、時間の経過 につれて(例えば1~3日後)得られるディスク墓板に スクラッチの発生が見受けられる。

【0006】本発明者は、その原因を発明したところ、 研磨剤スラリー調製後、時間の経過につれて研磨剤スラ ル塩等の無機金属塩と研磨速度向上の目的の水溶性キレ ート剤 (特闘昭62-25187号、特闘平5-271 647号) がキレート反応 (金属交換) を行い、水に難 **溶性のキレート塩を析出させ、この水難溶性のキレート** 塩のスラリー中での存在がスクラッチ発生の原因となる ことを見い出した。

[0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、スクラッチ がなく、表面組さが10オングストローム以下のアルミ ニウム磁気ヘッド基板を与えるのに適した研磨剤スラリ 30 -の提供を目的とする。また、本発明は、磁気ディス ク、半導体ウエハ用研磨剤スラリーの調製方法の提供を 目的とするものである。

[0008]

【課題を解決するための手段】本発明のlは、(a)平 均粒径が0.05~1 μm の砥粒 0.1~10重量 %. (b) 水溶性無機アルミニウム塩, ニッケル塩より 選ばれた無機塩 (). 1~3重量%および(c)水溶性 キレート剤 (). 1~3重量%を含有する水性研磨剤ス ラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶 40 性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル 塩の含有量が0.1重量%以下である研磨剤スラリーを 提供するものである。

【0009】本発明の2は、予め(b)水溶性無機アル ミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と、(c) 水溶性キレート剤との水溶液を調製し、ついでこれを1 日以上放置して祈出した水に難溶性の結晶を除去して得 た水溶液と (a)平均粒径がり、05~1 μm の砥粒およ び必要量の水性媒体を混合して、(a) 平均粒径が()。 $0.5\sim 1~\mu m$ の砥粒 $-0.1\sim 1.0$ 重量%、(b)水溶 -50 【0.013】砥粒:砥粒としては、酸化アルミニウム、

怪無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩 1~3重量%および(c)水溶性キレート剤 0.1~3重量%を含有する水性研磨剤スラリーであっ て、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性のキレート アルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の含有量が 0. 1重量%以下である研磨剤スラリーを調製する方法 を提供するものである。

【0010】本発明の3は、予め(b)水溶性無機アル ミニウム塩、ニッケル塩より選ばれた無機塩と。(c) (D) 研磨抽(界面活性剤) 全組成物の1~10重量 10 水溶性キレート剤とを含有する水溶液を調製し、これを 1日以上放置し、ついで新出した難溶性のキレートアル ミニウム塩、またはキレートニッケル塩を該水溶液から 分能した後、この水溶液と (a)平均粒径が()。()5~1 μπ の砥粒および必要量の水性媒体を混合し、ついでこ のスラリーに周波数が少なくとも15キロヘルツ以上墓 なる2種以上の周波数が15~150キロヘルツ(KH 2) の超音波を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互 にり、1~5ミリ秒の間隔で延べ10~150分照射し て振動を与えた後、該研磨剤スラリーの上港み液を開き リーに配合されている無機アルミニウム塩、無機ニッケー26 目が20μmの篩(フィルタ)にかけ、篩を通過した研 **磨削スラリーを集めることを特徴とする。(a) 平均粒** 経がり、05~1μmの砥粒 6.1~10重置%。

> (b) 水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩より選ば れた無機塩 り、1~3重量%および(c)水溶性キレ ート剤 (). 1~3 重量%を含有する水性研磨剤スラリ であって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶性の キレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル塩の 含有量が①、1重置%以下である研磨剤スラリーを調製 する方法を提供するものである。

[0011]

【作用】研磨剤スラリー中には、スクラッチの原因とな る水に就溶性のキレートアルミニウム塩、またはキレー トニッケル塩の含有量が、スラリー調製後、1ヶ月経過 しても0.1重量%以下になるように抑えられたので、 この研磨剤スラリーを用いて研磨されたヘッド基板にス クラッチは見出されない。また、砥粒の平均粒径が()。 1~1 um のものを用いたのでヘッドの平坦性も向上す **5.**

[0012]

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。 被研磨物:本発明の研磨剤スラリーは、シリコンウエ ハ、アルミニウム磁気ディスク基板、アルミニウム磁気 へっド基板、炭化珪素基板の研磨に用いられる。磁気へ ッド墓板の材料としては、アルミニウム・チタンカーボ ネート台金、磁気ディスク基板の材料としては、アルミ ニウム合金板、ガラス基板、セラミック基板、炭化珪素 基板。およびこれらの基板の上にニッケルーリン層やク ロム合金層等。他のテキステャー層を設けた基板が用い

(4)

5

酸化セリウム、単結晶ダイヤモンド、多結晶ダイヤモン ド、酸化ケイ素、炭化窒素、酸化クロミウムおよびガラ ス紛があ挙げられ、これら砥粒は平均粒径が()。 1~ 1. 0 μm 、好ましくは0. 3~0. 5 μm の粒子であ る。研磨剤スラリー中に占める(a) 成分の確認の含有 置は、砥粒の種類、用途により異なるが、()。()5~1 ①重量%、好ましくは①、1~3重量%である。)。() 5重量%未満では実用的な研磨速度が得られない。10 重量%を超えても効果のより向上は望めず、多く用いる のは経済的に不利である。

【0014】水性媒体:分散媒としては、水単独、また は水を主成分(分散媒中、70~99重置%)とし、ア ルコール、グリコール等の水溶性有機溶媒を副成分(1 ~30重量%)として配合したものが使用できる。水 は、0. 1 μmカートリッジフィルタで濾過して得たで きる限ぎり巨大粒子を含まない水が好ましい。アルコー ルとしては、メチルアルコール、エチルアルコール、イ ソプロピルアルコールが、グリコール類としては、エチ レングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレ ングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレング 2G リコール、等が挙げられる。研磨剤スラリー中に占める 水性分散媒の含有量は、70~99重量%、好ましくは 90~99重量%である。70重置%未満ではスラリー の結度が高くなり研磨剤スラリーの基板上への供給性お よびスラリーの貯蔵安定性が悪い。

【① 0 1 5 】水溶性無機金属塩:(b)成分の水溶性ア ルミニウム無機塩またはニッケル無機塩は、研磨速度の 向上に作用する。かかる(b)成分としては、アルミニ ウムまたはニッケルの硝酸塩、塩酸塩、硫酸塩、雌酸 塩、チオ硫酸塩が挙げられる。具体的には、硝酸アルミ ニウム塩、硝酸ニッケル塩、硫酸アルミニウム塩等であ る。(り)成分の水溶性無機塩は、研磨剤スラリー中、 0.1~3重量%の登用いられる。

【0016】水溶性キレート剤: (c) 成分の水溶性キ レート剤は、研磨速度の向上、得られるウェハの平坦性 向上の目的でスラリー中に添加される。かかる水溶性キ レート剤としては、エチレンジアミンテトラアセチック アシッド(EDTA)、エチレンジアミンテトラ酢酸の 2ナトリウム塩(EDTA-2)、アミノスルホン酸-N、N-2酢酸アルカリ金属塩、2、2-ジメチルフロ パンピスオキサミドのアルカリ金属塩、ジェチレントリ アミンペンタ酢酸およびそのナトリウム塩等が挙げられ る。(c)成分のキレート削は、研磨削スラリー中、 0.1~3重量%の量用いられる。

【0017】研磨油:研磨向上剤、砥粒の分散剤の機能 を有する(d)成分の研修油としては、各種界面活性 剤、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリ エチレングリコール、ポリオキシエチレンアルキルエー テル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、

下とプロピレンオキシドの付加反応物)等が挙げられ る。界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤。カチ オン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活 性剤、またはアニオン性界面活性剤とノニオン性界面活 性剤との併用。アニオン性界面活性剤と両性界面活性剤 との併用カチオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤 との併用、カチオン性界面活性剤と両性界面活性剤との 併用が挙げられる。昇面活性剤の種類は、砥粒の分散 性、研磨速度に大きく寄与する。ノニオン性界面活性剤 16 を単独使用したスラリーよりアニオン性界面活性剤を使 用したスラリーのほうが研磨速度は遠い。また、界面活 性剤の中でも、硫黄 (S)、リン (P)、塩素 (C!) 原子を含む化合物のほうが研磨速度が遠い。

【0018】アニオン性界面活性剤:アニオン性界面活 性剤としては、バルミチン酸ナトリウム塩、ステアリン 敵ナトリウム塩、オレイン酸カルシウム、ステアリン酸 アルミニウム、バルミチン酸ナトリウム・カリウム塩等 の金属石鹸:アルキルボリオキシエチレンエーテルカル ボン酸塩、アルキルフェニルポリオキシエチレンエーテ ルカルボン酸塩、硫酸化脂肪酸アルキルエステル、硫酸 モノアシルグリセリン塩、第二アルカンスルホン酸塩、 N-アシル-N-メチルタウリン酸。ドデシルベンゼン スルホン酸ソーダ、アルキルエーテルリン酸、リン酸ア ルキルポリオキシエチレン塩、燐酸アルキルフェニルポ リオキシエチレン塩、ナフタレンスルホン酸ソーダ、ベ ルフルオロアルキルリン酸エステル。スルホン酸変性シ リコンオイル等が挙げられる。

【0019】 これらの中でも、金属石鹸、HLBが5 以 上の、スルホン型アニオン界面活性剤、燐酸エステル砂 アニオン性界面活性剤、フッ素系または塩素系アニオン 性界面活性剤およびこれらの2種以上の併用が好まし い。アニオン性界面活性剤は、スラリー中、0.05~ 2重量%用いられる。()、()5重量%未満では、粒子の 分散性が悪く、粒子が沈隆しやすい。2章量%を超えて も分散性、研磨速度の効果のより向上は望めないし、緋 水処理の面では少ない方が好ましい。

【0020】ノニオン性界面活性剤:ノニオン性界面活 性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、 ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル。プルオ ニック系非イオン性界面活性剤(エチレンオキシドとプ ロビレンオキシドの付加反応物)、脂肪酸ポリオキシェ チレンエステル、脂肪酸ポリオキシエテレンソルビタン エステル、ポリオキシエテレンひまし油、脂肪酸素糖エ ステル、ポリオキシエチレン・オキシプロピレンアルキ ルエーテル等が挙げられる。具体的には、ジラウリン酸 ポリエチレングリコールエステル、トリデシルポリオキ シエテレンエーテル、ノニルフェニルポリオキシエチレ ンエーテル、モノステアリン酸ポリエチレングリコー ル、等が挙げられる。好ましくは、HLBが10以上の プルオニック系非イオン性界面活性剤(エチレンオキシ 50 化合物が好ましい。ノニオン性界面活性剤は、0.1~ 10

特関2000-63806

10重置%用いられる。

【0021】両性界面活性剤:両性界面活性剤として は、N-アルキルスルホベタイン変性シリコンオイル、 N-アルキルニトリロトリ酢酸、N-アルキルジメチル ベタイン、αートリメチルアンモニオ脂肪酸、Nーアル キルピーアミノプロピオン酸、N-アルキルβ-イミノ ジプロピオン酸塩、N-アルキルオキシメチル-N,N - ジエチルベタイン、2-アルキルイミダゾリン誘導 体、N-アルキルスルホベタイン等が挙げられる。アニ オン性界面活性剤と、ノニオン性界面活性剤または両性 界面活性剤を併用するときは、アニオン性界面活性剤1 重量部に対し、ノニオン性界面活性制または両性界面活 性剤(). 1~5重量部の割合で用いる。併用により、ス ラリーの貯蔵安定性が向上する。研磨剤スラリー中に占 めるノニオン性界面活性剤または両性界面活性剤の含有 置は、0、1~10重置%、好ましくは0、1~5重置 %である。(). 1重置%未満では研磨剤スラリーの貯蔵 安定性の向上に効果がない。10重量%を超えても分散 性のより向上は望めない。

よび(d)成分、水性分散媒のほかに、他の研磨助剤を 配合してもよい。かかる研磨助剤としては、分散動剤、 防鎬剤、消泡剤、p貝調整剤、防かび剤、等が挙げる れ、これらは、スラリーの分散貯蔵安定性、研磨速度の 向上の目的で加えられる。分散助剤としては、ヘキサメ タリン酸ソーダ、オレイン酸、第一リン酸カルシウム等 が挙げられる。p月調整剤としては、水酸化カリウム、 水酸化ナトリウム、モルホリン、アンモニア水等が挙げ られる。防錆剤としてはアルカノールアミン・アルカノ ールアミンホウ酸縮合物。モノエタノールアミン。ジェ タノールアミン。トリエタノールアミン、ほう酸アルカ ノールアミン塩、ベンズイソチアゾリン領等の含窒素有 機化合物が挙げられる。消泡剤としては、流動パラフィ ン、ジメチルシリコンオイル、ステアリン酸モノ、ジェ グリセリド混合物、ソルビタンモノバルミチェート、等 が挙げられる。

【0023】研磨剤スラリーの調製:研磨剤スラリーの 調製は、例えば次の①か②の方法で調製される。

①予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩よ り選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤とを含有 40 する水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで析 出した競密性のキレートアルミニウム塩、またはキレー トニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と (a)平均粒径がり、05~1 μm の砥粒および必要量の 水性媒体を混合して調製する。

②予め(b)水溶性無機アルミニウム塩、ニッケル塩よ り選ばれた無機塩と、(c)水溶性キレート剤とを含有 する水溶液を調製し、これを1日以上放置し、ついで折 出した難恣性のキレートアルミニウム塩、またはキレー トニッケル塩を該水溶液から分離した後、この水溶液と 50 5日後

(a)平均粒径がり、0.5~1 μm の紙粒および必要費の 水性媒体を混合して得たスラリーに周波数が少なくとも 15キロヘルツ以上異なる2種以上の周波数が15~1 50キロヘルツ(KH2)の超音波を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互に0、1~5ミリ紗の間隔で延べ 10~150分照射して振動を与えた後、該研磨削スラ リーの上澄み液を聞き目が20ヵmの篩(フィルタ)に かけ、篩を通過した研磨剤スラリーを集めて、(a)平 均粒径が(), () 5~1 μm の砥粒 (), 1~1 ()重置 %. (b) 水溶性無機アルミニウム塩. ニッケル塩より 選ばれた無機塩 (). 1~3 重量%および (c) 水溶性 キレート剤 ①、1~3重量%を含有する水性研磨剤ス ラリーであって、該水溶性研磨剤スラリー中の水に難溶 性のキレートアルミニウム塩、またはキレートニッケル 塩の含有量が()。1重量%以下である研磨剤スラリーを 調製する。

【0024】水難溶性のキレート金属塩の量は、0、1 重量%以下、好ましくは、0.01重量%以下が好まし い。この交互に周波数の異なった超音波を照射すること 【0022】研磨助剤:上記(a). (b)、(c)お 20 により、スラリー温度は常温のままか. 意温より 10℃ 温度が上がる程度でスラリーを変性することがない。好 ましくは、超音波として、周波数が15~25キロヘル つの超音波と、30~60キロヘルツの超音波。および 80~120キロヘルツの3種の超音波を用い、これら 周波数の振動を研磨剤スラリー 1リットル当たり交互 にり、1~5ミリ秒の間隔で延べ10~150分研磨剤 スラリーに照射して振動を与える与えることがよい。 【りり25】経音波の周波数の照射は、低い周波数と高 い周波数を交互にスラリーに照射して振動をスラリーに 与える。 国波数は2種でも、3種でもそれ以上の混合で あってもよい。たとえば、24キロヘルツ、40キロヘ ルツおよび100キロヘルツである。とれら周波数の振 動を交互に0.1~5ミリ秒づつ、全体で10~150 分間となるようスラリーに与える。超音波の用いる回波 数および照射時間は、砥粒の平均粒径、粒度分布を考慮 し、適宜、実験で確認する。

[0026]

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明 する.

寒能倒し

硝酸アルミニウム(0.5重量部およびEDTA-2N a塩 (). 5重量部を、(). 1 µ mカートリッジフィル タを通過した水 95重量部に溶解し、23°Cの恒温室 に1~5日保管して析出物(透明な結晶)の置を測定し た。水溶液に対する結晶の量は、次の通りであった。

1日後 (). 189重量% 2日後 0.190重量% 3日後 (). 198重量% 4日後 0.203重量%

0.204重量%

【10027】5日経過後、濾過により結晶を水溶液から 取り除いた。上記徳液をさらに7日間保管後、該總液 93. 5重量部に、平均粒径 (). 5 µ mの酸化アルミ ニウム粒子 2.5重置部、ラウリルアルコールポリオ キシエチレンエーテル 1. 0 重量部およびポリエチ レングリコール (分子登 200) 2.0重量部を示 モジナイザーで混合し、研磨剤スラリーを調製した。5 日経過後、濾過により水に溶解しない結晶を水溶液から 取り除いた。總派 93.5重量部に、平均粒径 0. 5μmの酸化アルミニウム粒子 2.5重量部.ラウリ ルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1. 0重畳 部およびボリエチレングリコール(分子費 300) 2. 0重量部をホモジナイザーで複合し、研磨剤スラリ - を調製した。

【0028】とのようにして得た研修剤スラリーを回転 ロールの表面に提装した研磨布に浸透させ、このロール を円筒状アルミニウム・チタン酸カリ合金の表面(表面 粗さRa 26オングストローム)に押し当て、ロール の回転と、アルミニウム・チタン酸カリ台金の回転を次 の条件で行って、台金(ヘッド)の研磨を行った。

ヘッドの回転数

800 r.p.m.

研磨布押圧力

2. 0 Kg

ロール回転数

1300r.p.m.

研磨時間

8#

【0029】研磨後の合金の表面粗さを表面粗さ計(小 松製作所製ET3()HK:商品名)により、測定長 O. 25 mm. スタイラス G.5 mmR、荷重 3 m g. 20 um/秒のスピードで測定したところ。10 オ ングストローム(R8)であった。また、レーザー光に よる表面欠陥解析装置で合金の表面を測定し、帽1~3 μη. 長さ20 μμ以下のスクラッチの数を測定したと ころ。マイクロスクラッチは検出されなかった。

【0030】実施例2

硝酸アルミニウム 0.5重量部およびEDTA-2N 8塩 0.5重量部を、0.1μmカートリッジフィル タを通過した水 9.5 重量部に溶解し、2.3 ℃の恒温室 に1~5日保管し硝酸アルミニウム (). 5重量部およ びEDTA-2Na塩 0.5重置部を、0.1 μmカ ートリッジフィルタを通過した水 95重貨部に溶解 し、23 Cの恒温室に5日保管した後、流過により折出。 した水に溶解しない結晶を水溶液から取り除いた。 【0031】上記徳波 93.5重量部に、平均粒径 0. 5 μmの酸化アルミニウム粒子2. 5 重置部、ラウ リルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1. 0 重量部およびポリエチレングリコール(分子量 30 2. ()重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤 スラリーを調製した。このようにして得た研磨剤スラリ - 1 リットルに、2 4 キロヘルツの超音波を5ミリ秒。 ついで40キロヘルツの超音波を5ミリ秒、100キロ

長の異なった超音波を5ミリ秒づつ照射する工程を合計 時間が30分となるよう照射した後、このスラリーを5 分間辞置し、ついでこのスラリーの上方側(). 95リッ トルを開き目が20 mm質に1回パスした徳液を集め、 これを研磨剤スラリーとして用いた。以下、突縮例1と 同様にしてアルミニウム磁気へっド基板の研磨を行った ところ、ヘッドの表面平滑度は8オングストローム (R a) であり、マイクロスクラッチは見い出されなかっ tc.

【0032】比較例1 19

硝酸アルミニウム O.5重量部、EDTA-2Na塩 0. 5重量部。0. 1μmカートリッジフィルタを通 過した水 93.5重量部に溶解し、ついでこれに、平 均粒径 0.5 mmの酸化アルミニウム粒子 2.5重 置部、ラウリルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1. 0 宣置部およびポリエチレングリコール (分子量 300) 2. 0重量部をホモジナイザーで混合し、 研磨剤スラリーを調製した。このようにして得た研磨剤 スラリーを3日保管し、これを研磨剤スラリーとして用 26 いる。以下、実施例1と同様にしてアルミニウム磁気へ ッド基板の研磨を行ったところ、ヘッドの平坦度は12 オングストロームであり、20 μm以上のスクラッチが 3本あった。

【0033】実施例3

硝酸アルミニウム (0.5重量部、ジエチレントリアミ ンペンタ酢酸Na塩〇.5重量部、〇.1μmカートリ ッジフィルタを通過した水 93.5重量部に溶解し、 ついでこれを5日間保管した。水溶液に対する祈出した 結晶の登は、次の通りであった。

1日後 0.192重量%

2日後 0.197重量%

3日後 0.204重量%

4.日後 0.204重量%

5日後 0.204重量%

【0034】との水溶液92重量部に、平均粒径 0. 5 μ mの酸化アルミニウム粒子 2.5重置部 ラウリ ルアルコールポリオキシエチレンエーテル 1. ()宣告 部およびボリエチレングリコール (分子置 200) 2. 0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤スラリ ーを調製した。このようにして得た研磨剤スラリー1リ ットルに、24キロヘルツの超音波を5ミリ秒。ついで 40キロヘルツの超音波を5ミリ秒。100キロヘルツ の超音波を5ミリ秒照射し、以下、との3種の波長の雲 なった超音波を5ミリ秒づつ照射する工程を合計時間が 30分となるよう照射した後、このスラリーを5分間静 置し、ついでこのスラリーの上方側り、95リットルを 聞き目が20µm篩に1回バスした濾波を集め、これを 研磨剤スラリー(ジエチレントリアミンペンタ酢酸のA 1塩は、0.00重量%)として用い、以下、実施例1 ヘルツの超音波を5 ミリ秒照射し、以下、この3 種の波 50 と同様にしてアルミニウム磁気ヘッド基板の研磨を行っ

(2)

特闘2000-63806

たところ、ヘッドの平滑度は、9オングストロームで、 マイクロスクラッチは見い出されなかった。 【0035】夷鎚例4

硝酸ニッケル O. 6重量部およびEDTA-2Na塩 0.6重量部を、0.1μmカートリッジフィルタを 通過した水 94.8重量部に溶解し、23°Cの恒温室 に5日保管した。5日経過後、徳過により結晶を水溶液 から取り除いた。徳液 93.5宣童部に、平均粒径 5 µ mの酸化アルミニウム粒子 2.5重量部、ラ ウリルアルコールボリオキシエチレンエーテル 1. ①重量部およびポリエチレングリコール (分子量 2·0) 0) 2.0重量部をホモジナイザーで混合し、研磨剤 スラリーを調製した。

【りり36】とのようにして得た研磨剤スラリー1リッ トルに、24キロヘルツの超音波を5ミリ秒、ついで4

0キロヘルツの超音波を5ミリ秒、100キロヘルツの 超音波を5ミリ秒照射し、以下、この3種の波長の異な った超音波を5ミリ秒づつ照射する工程を合計時間が3 0分となるよう照射した後、このスラリーを5分間静置 し、ついでこのスラリーの上方側()。95リットルを開 き目が20μm節に1回バスした徳波を集め、これを研 磨剤スラリーとして用い、以下、実態例1と同様にして アルミニウム磁気へっド基板の研磨を行ったととろ、ヘ ッドの表面平滑度は8オングストローム(Ra)であ 19 り、マイクロスクラッチは見い出されなかった。 [0037]

【発明の効果】本発明の研磨剤スラリーは、表面が平坦 でスクラッチのないアルミニウム製磁気ヘッドを与え

http://www6.ipdl.jpo.go.ip/ticontentdben.ipdl?N0000=21&N0400=image/gif&N0401=/NS